

06/00/00/00

PN - JP2003003171 A 20030108

PD - 2003-01-08

PR - JP20010188939 20010622

OPD - 2001-06-22

TI - MAGNESIUM HYDROXIDE-BASED FLAME RETARDANT AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

IN - MATSUI SEIJI; HIDAKA TOSHINORI; MATSUMOTO YASUHIRO

PA - HATTORI & CO LTD; KONOSHIMA CHEMICAL

IC - C09K21/02 ; C01F5/14 ; C08K9/04 ; C04B14/36 ; C04B26/04 ; C04B11/28

06/00/00/00

TI - Magnesium hydroxide group flame retardant for resin composition, comprises predefined amount of iron compound and silicon compound

PR - JP20010188939 20010622

PN - JP2003003171 A 20030108 DW200338 C09K21/02 007pp

PA - (HATT) HATTORI KK

- (KAMS) KAMISHIMA KAGAKU KOGYO KK

IC - C01F5/14 ; C04B14/36 ; C04B26/04 ; C04B11/28 ; C08K9/04 ; C09K21/02

AB - JP2003003171 NOVELTY - The magnesium hydroxide group flame retardant comprises natural brucite ore coated with a surface treating agent. The amount of iron compound is 0.1 wt.% or less by metal iron conversion and the amount of silicon is 1.5 wt.% or less by silica conversion. Magnesium hydroxide has an average particle diameter of 1.5-4 μm , by laser diffraction method.

- DETAILED DESCRIPTION - The magnesium hydroxide group flame retardant comprises natural brucite ore coated with a surface treating agent. The amount of iron compound is 0.1 wt.% or less by metal iron conversion and the amount of silicon is 1.5 wt.% or less by silica conversion. Magnesium hydroxide has an average particle diameter of 1.5-4 μm , by laser diffraction method. Particles of size more than 10 μm form 10 volume% or less and particles of size less than 1 μm form 35 volume% or less. Particles of size 30 μm or more are not observed in the component. An INDEPENDENT CLAIM is included for manufacturing method of flame retardant.

- USE - For resin composition.

- ADVANTAGE - The flame retardant has excellent flame retardance and mechanical properties. The retardant is obtained at low cost and since it does not contain halogen, the product is environment friendly.

- (Dwg.0/0)

OPD - 2001-06-22

AN - 2003-397418 [38]

06/00/00/00

PN - JP2003003171 A 20030108

PD - 2003-01-08

AP - JP20010188939 20010622

IN - MATSUI SEIJI; MATSUMOTO YASUHIRO; HIDAKA TOSHINORI

PA - KONOSHIMA CHEMICAL CO LTD; HATTORI KK

TI - MAGNESIUM HYDROXIDE-BASED FLAME RETARDANT AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

AB - PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a magnesium hydroxide-based flame retardant having excellent flame retardancy and excellent mechanical characteristics at a low cost.

- SOLUTION: This magnesium hydroxide-based flame retardant having an average particle diameter of 1.5 to 4.0 μm , not containing $\geq 30 \mu\text{m}$ particles, and containing $\geq 10 \mu\text{m}$ particles in an amount of $\leq 10 \text{ vol.}\%$ and $\leq 1 \mu\text{m}$ particles in an amount of $\leq 35 \text{ vol.}\%$ is obtained by crushing the coarse powder of natural brucite ore containing Fe compounds in an amount of $\leq 0.1 \text{ wt.}\%$ converted into metal Fe and Si compounds in an amount of $\leq 1.5 \text{ wt.}\%$ converted into SiO_2 with a heatable media crusher in the presence of 0.5 to 5 wt.% of a surface-treating agent comprising a higher fatty acid or its metal salt, a higher fatty acid ester, a higher fatty acid amide, a higher alcohol or a hydrogenated oil, simultaneously treating the surfaces of the crushed products with the surface-treating agent under heating, and then classifying the treated products.

SI - C04B14/36 ; C04B26/04 ; C04B11/28

I - C09K21/02 ; C01F5/14 ; C08K9/04

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2003-3171

(P2003-3171A)

(43)公開日 平成15年1月8日(2003.1.8)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マ-ト*(参考)
C 0 9 K 21/02		C 0 9 K 21/02	4 G 0 7 6
C 0 1 F 5/14		C 0 1 F 5/14	4 H 0 2 8
C 0 8 K 9/04		C 0 8 K 9/04	4 J 0 0 2
// C 0 4 B 14/36		C 0 4 B 14/36	
26/04		26/04	
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁) 最終頁に続く			

(21)出願番号	特願2001-188939(P2001-188939)	(71)出願人	390036722 神島化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区高麗橋4丁目2番7号
(22)出願日	平成13年6月22日(2001.6.22)	(71)出願人	59207/394 ハットリ株式会社 石川県金沢市本町2丁目14番10号
		(72)発明者	松井 誠二 香川県三豊郡詫間町大字香田80 神島化学 工業株式会社詫間工場内
		(74)代理人	100086830 弁理士 塩入 明 (外1名)
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 水酸化マグネシウム系難燃剤及びその製造方法

(57)【要約】

【構成】 Fe化合物の含有量が金属Fe換算で0.1wt%以下、Si化合物の含有量がSiO₂換算で1.5wt%以下の天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、高級脂肪酸やその金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド、高級アルコールまたは硬化油からなる0.5～5wt%の表面処理剤の存在下で、加熱可能なメディア粉砕機を用いて、加熱下に粉砕と表面処理とを同時に行う。その後分級して、平均粒子径が1.5μmから4.0μmで、30μm以上の粒子がなく、10μm以上の粒子の割合が10vol%以下、1μm以下の粒子の割合が35vol%以下の、水酸化マグネシウム系難燃剤とする。

【効果】 樹脂に配合した時の難燃性と機械特性に優れかつ低コストな水酸化マグネシウム系難燃剤が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 天然ブルーサイト鉱石由来の水酸化マグネシウムを表面処理剤で被覆した難燃剤において、水酸化マグネシウム中のFe化合物の含有量が金属Fe換算で0.1wt%以下、Si化合物含有量がSiO₂換算で1.5wt%以下であり、

かつレーザー回折法による水酸化マグネシウムの平均粒子径が1.5μmから4.0μmで、30μm以上の粒子がなく、10μm以上の粒子の割合が10vol%以下、1μm以下の粒子の割合が35vol%以下であることを特徴とする、水酸化マグネシウム系難燃剤。

【請求項2】 該表面処理剤が高級脂肪酸、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アמיד、高級アルコール及び硬化油からなる群の少なくとも1種の表面処理剤であり、

該表面処理剤の含有量が、水酸化マグネシウムと表面処理剤との合計量に対して0.5～5wt%である、ことを特徴とする請求項1に記載の水酸化マグネシウム系難燃剤。

【請求項3】 天然ブルーサイト鉱石由来の水酸化マグネシウムを表面処理剤で被覆した難燃剤の製造方法において、

Fe化合物の含有量が金属Fe換算で0.1wt%以下、Si化合物の含有量がSiO₂換算で1.5wt%以下の天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、

高級脂肪酸、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アמיד、高級アルコール及び硬化油からなる群の少なくとも1種の表面処理剤0.5～5wt%の存在下で、

加熱可能なメディア粉碎機を用いて、加熱下に粉碎と表面処理とを同時に行った後に分級して、

レーザー回折法による平均粒子径が1.5μmから4.0μmで、30μm以上の粒子がなく、10μm以上の粒子の割合が10vol%以下、1μm以下の粒子の割合が35vol%以下とすることを特徴とする、水酸化マグネシウム系難燃剤の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の利用分野】本発明は、天然ブルーサイト鉱石を粉碎して得られる水酸化マグネシウム系難燃剤及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来技術】特開平1-141929号公報等々に示されるように、樹脂組成物等の燃焼時の発煙、毒性、腐食等の二次災害を防止する目的で、水酸化マグネシウムがオレフィン系等の樹脂組成物に添加されている。水酸化マグネシウムはノンハロゲン難燃剤として用いることができ、地球環境の保全やエコロジー化という社会的ニーズに沿い、水酸化マグネシウムを用いた樹脂組成物はハロゲンや重金属を含まないため、壁紙等の建築材料用途や

絶縁テープ等を中心に広く適用されつつある。このようなノンハロゲン難燃剤用途に用いられる水酸化マグネシウムの製造方法には、大別して、反応合成法と天然鉱物粉碎法の2つがある。

【0003】反応合成法には、例えば海水または苦汁中に苛性アルカリまたは消石灰のスラリーを添加して反応させる方法、水酸化マグネシウムスラリーに水酸化ナトリウムを添加し水熱処理する方法（特公昭50-23680号公報）、塩基性マグネシウム塩スラリーを水熱処理する方法（特開昭52-115799号公報）、マグネシウム塩溶液とアンモニアを反応させる方法（特開昭61-168522号公報等）が知られている。いずれの方法でも、合成した水酸化マグネシウムを洗浄、表面処理、脱水し、乾燥、粉碎して水酸化マグネシウム系難燃剤にしている。

【0004】一方、天然鉱物粉碎法は、水酸化マグネシウムを主成分とする天然ブルーサイト鉱石を粉碎、表面処理して水酸化マグネシウム系難燃剤にする方法であり、例えば特公平7-42461号公報に開示されているように、天然ブルーサイト鉱石を水性スラリーとしてから湿式粉碎し、この粉碎品スラリーを脂肪酸のアンモニウム塩またはアミン塩の乳化物で表面処理し、固液分離した後に乾燥する方法等が知られている。

【0005】また例えば特開平7-161230号公報に開示されているように、難燃組成物の吸湿性を抑えるために、天然ブルーサイト鉱石を粉碎し、脂肪酸、脂肪酸金属塩、シランカップリング剤、チタネートカップリング剤を主成分とする表面処理剤で表面処理する方法が知られている。さらに特表平11-501686号公報には、天然ブルーサイト鉱石粉碎品を脂肪酸誘導体及びシロキサン誘導体と共にミキサーで乾式混合する方法が開示されている。特開平10-226789号公報には、耐水性、分散性、難燃性に優れた比較的低コストの水酸化マグネシウム系難燃剤を得るために、天然ブルーサイト粉碎品をシランカップリング剤及びシラン表面処理剤の存在下でメカノケミカル処理し、被覆層と粒子表面が化学結合した平均粒子径1～10μmの水酸化マグネシウム系難燃剤の製造方法が開示されている。

【0006】水酸化マグネシウム系難燃剤のうち、反応合成法によって得られた水酸化マグネシウムは、比較的狭い粒度分布を持った微細な粒子で構成されており、高い難燃性を持ち、機械特性及び成形性の低下が小さい材料を作りやすい特徴を持つ。しかし天然鉱物粉碎法に較べると、原料費が高く、製造工程が複雑で、エネルギーコストの高い工程を必要とするために経済的に不利で、ノンハロゲン難燃剤として使用される用途は、限定されたものにならざるを得ない。

【0007】一方、天然鉱物粉碎法で製造される水酸化マグネシウム系難燃剤は、安価な天然ブルーサイト鉱石を原料とするため、比較的低コストで経済性に優れた材

料として期待されている。特に、特開平7-161230号公報や特表平11-501686号公報に開示されているような、乾式工程のみからなる方法は、環境に優しいノンハロゲン難燃材料としてハロゲン系材料を幅広い用途で代替し得るものとして期待されている。

【0008】特開平7-161230号公報や特表平11-501686号公報に開示されている乾式工程のみからなる方法は、いずれも各種の混合装置を用いて、天然ブルーサイト鉱石の粉碎品に各種の表面処理剤を表面処理する方法である。これらの方法で製造された水酸化マグネシウム系難燃剤は、比較的広い粒度分布を持った粒子で構成されており、また表面処理剤の被覆層が不均一に形成されており、難燃樹脂組成物とすると、難燃性及び機械特性及び成形性が充分ではなかった。

【0009】

【発明の課題】本発明は、難燃性に優れ低コストな水酸化マグネシウム系難燃剤とその製造方法を提供することを目的とする。本発明の製造方法では、上記に加えて、樹脂配合時の機械特性及び成形性に優れた、水酸化マグネシウム系難燃材の製造方法を提供することを目的とする。

【0010】

【発明の構成】本発明の水酸化マグネシウム系難燃材は、天然ブルーサイト鉱石由来の水酸化マグネシウムを表面処理剤で被覆した難燃剤において、水酸化マグネシウム中のFe化合物の含有量が金属Fe換算で0.1wt%以下、Si化合物含有量がSiO₂換算で1.5wt%以下であり、かつレーザー回折法による水酸化マグネシウムの平均粒子径が1.5μmから4.0μmで、30μm以上の粒子がなく、10μm以上の粒子の割合が10vol%以下、1μm以下の粒子の割合が35vol%以下であることを特徴とする。

【0011】ここにSi化合物の含有量は酸不溶分と酸可溶分との合計量とする。また好ましくは、該表面処理剤を高級脂肪酸、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド、高級アルコール及び硬化油からなる群の少なくとも1種の表面処理剤とし、該表面処理剤の含有量を、水酸化マグネシウムと表面処理剤との合計量に対して0.5～5wt%とする。

【0012】またこの発明は、天然ブルーサイト鉱石由来の水酸化マグネシウムを表面処理剤で被覆した難燃剤の製造方法において、Fe化合物の含有量が金属Fe換算で0.1wt%以下、Si化合物の含有量がSiO₂換算で1.5wt%以下の天然ブルーサイト鉱石の粗粉体を、高級脂肪酸、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド、高級アルコール及び硬化油からなる群の少なくとも1種の表面処理剤0.5～5wt%の存在下で、加熱可能なメディア粉碎機を用いて、加熱下に粉碎と表面処理とを同時に行った後に分級して、レーザー回折法による平均粒子径が1.5μmから4.0μm

で、30μm以上の粒子がなく、10μm以上の粒子の割合が10vol%以下、1μm以下の粒子の割合が35vol%以下とすることを特徴とする。

【0013】

【発明の作用と効果】発明者は、天然ブルーサイト鉱石を粉碎して得られる水酸化マグネシウム系難燃剤において、不純物のFe化合物及びSi化合物の含有量を所定量以下とし、所定の平均粒子径と粒度分布を持たせることによって、難燃性を向上し得ることを見出した。また発明者は、天然ブルーサイトの粗粉体を表面処理剤の存在下で、加熱可能なメディア粉碎機を用いて加熱下に粉碎と表面処理とを行うことにより、機械特性と成形性に優れた難燃剤が得られることを見出した。

【0014】難燃剤中の水酸化マグネシウムでのFe化合物の含有量は金属Fe換算で0.1wt%以下とし、Si化合物の含有量はSiO₂換算で1.5wt%以下とする。これは、Fe化合物の含有量が金属Fe換算で0.1wt%より高い、あるいはSi化合物の含有量がSiO₂換算で1.5wt%より高いと、難燃性が低下するため、これはFe化合物やSi化合物が樹脂の熱分解を促進するためなどと考えられる。

【0015】また本発明の水酸化マグネシウム系難燃剤は、レーザー回折法による平均粒子径が1.5μmから4.0μmで、30μm以上の粒子がなく、10μm以上の粒子の割合が10vol%以下、1μm以下の粒子の割合が35vol%以下である必要がある。平均粒子径が4.0μmより大きい、あるいは10μm以上の粒子の割合が10vol%より多いと、難燃性が低下し、機械特性が低下し、さらに成形品の表面平滑性も悪くなる。また平均粒子径が1.5μmより小さい、あるいは1μm以下の粒子の割合が35vol%より多いと、混練物の流動性が低下し成形時の生産性が低下する。さらに成形性も低下し、組成物が硬くなって、低温特性が劣化する傾向になる。

【0016】用いる表面処理剤は、好ましくは高級脂肪酸、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド、高級アルコール及び硬化油からなる群の少なくとも1種とし、その含有量は好ましくは水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量に対して0.5～5wt%とする。なお表面処理剤量が0.5wt%より少ないと、組成物の引張伸びが低下し、混練物の流動性及び成形性が低下する。表面処理剤量が5wt%より多いと、難燃性、機械特性が低下する。表面処理剤は水酸化マグネシウム粒子の表面を被覆する被覆層となり、高級は炭素数が8以上で好ましくは30以下を意味し、直鎖か分岐の有無、あるいは飽和／不飽和を問わない。このような表面処理剤は、粗粉体中での分散性に優れ、熱可塑性樹脂に混練した際の流動性を向上し、コンパウンド化した時の機械的強度に優れ、かつ比較的低コストなものである。

【0017】高級脂肪酸として、例えばステアリン酸、

オレイン酸、パルミチン酸、リノール酸、ラウリン酸、カプリル酸、ベヘニン酸、モンタン酸等が挙げられる。高級脂肪酸金属塩としては、例えばステアリン酸塩、オレイン酸塩、パルミチン酸塩、リノール酸塩、ラウリン酸塩、カプリル酸塩、ベヘニン酸塩、モンタン酸塩があり、金属の種類には、Na、K、Al、Ca、Mg、Zn、Ba等が挙げられる。

【0018】高級脂肪酸エステルとして、例えばラウリン酸メチル、ミリスチン酸メチル、パルミチン酸メチル、ステアリン酸メチル、オレイン酸メチル、エルカ酸メチル、ベヘニン酸メチル、ラウリン酸ブチル、ステアリン酸ブチル、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、パルミチン酸オクチル、ヤシ脂肪酸オクチルエステル、ステアリン酸オクチル、牛脂脂肪酸オクチルエステル、ラウリン酸ラウリル、長ステアリン酸ステアリル、長鎖脂肪酸高級アルコールエステル、ベヘニン酸ベヘニル、ミリスチン酸セチル等のモノエステルが挙げられる。また例えばネオペンチルポリオール長鎖高級脂肪酸エステル、ネオペンチルポリオール長鎖高級脂肪酸エステルの部分エステル化物、ネオペンチルポリオール高級脂肪酸エステル、ネオペンチルポリオール中鎖高級脂肪酸エステル、ネオペンチルポリオールC9鎖高級脂肪酸エステル、ジペンタエリスリトール長鎖高級脂肪酸エステル、コンプレックス中鎖高級脂肪酸エステル等の、耐熱性高級脂肪酸エステルが挙げられる。

【0019】さらに高級脂肪酸アמידとして、例えばステアリン酸アמיד、オレイン酸アמיד、パルミチン酸アמיד、リノール酸アמיד、ラウリン酸アמיד、カプリル酸アמיד、ベヘニン酸アמיד、モンタン酸アמיד等がある。高級アルコールとして、例えばオクチルアルコール、デシルアルコール、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、セチルアルコール、ステアリルアルコール等、硬化油としては、例えば牛脂硬化油、ヒマシ硬化油等が挙げられる。

【0020】加熱可能なメディア粉碎機は、例えば被粉碎物を収容する容器をジャケットで加熱し、該容器内に被粉碎物とメディアを収容して、メディアを転動させる装置である。具体的には、バッチ式あるいは連続式のボールミル、振動ミル、メディア攪拌型ミル等が挙げられる。メディアにはアルミナボール、ジルコニアボール、金属ボール、金属ロッド等の水酸化マグネシウムよりも硬質のメディアが使用できるが、粉碎加工時にメディアあるいは粉碎機のケーシングが摩耗して混入し難燃剤が着色する、あるいはFe化合物やSi化合物が増加することを防止するため、アルミナやジルコニアなどのセラミックメディアが好ましい。

【0021】本発明の水酸化マグネシウム系難燃剤は、アクリル酸系、酢酸ビニル系、エチレン系、プロピレン系の樹脂やこれらの共重合体樹脂に配合する。当然のことながら、水酸化マグネシウム系難燃剤に関する好適条

件は該難燃剤を添加した樹脂組成物にも当てはまる。

【0022】

【実施例】以下に実施例に基づき、本発明をより詳細に説明する。

【0023】

【実施例1】Fe化合物の含有量が金属Feとして0.05wt%、酸不溶分と酸可溶性Si化合物の合計含有量がSiO₂として1.2wt%で、平均粒子径が約6μmの天然ブルーサイト粗粉碎品を用いた。以下では、酸不溶分と酸可溶性Si化合物の合計含有量をSiO₂含有量と呼ぶ。この天然ブルーサイト粗粉碎品1kgとステアリン酸25gを、内容積10リットルのジャケット加熱のバッチ式メディア攪拌型ミル中に入れ、約100℃まで加熱し、30分間攪拌して粉碎した。メディアには直径5mmのアルミナボールを使用した。処理後に粉末をバッチ式メディア攪拌型ミルから取り出し、気流式分級機で30μm以上の粒子をカットして表面処理品サンプルを得た。

【0024】

【実施例2】バッチ式メディア攪拌型ミル中での粉碎時間を1時間にした以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0025】

【実施例3】Fe化合物の含有量がFeとして0.08wt%、SiO₂含有量が0.9wt%で、平均粒子径が約6μmの天然ブルーサイト粗粉碎品100kgと、ステアリン酸2.5kgを予めヘンシェルミキサーで混合した。この混合品を内容積100リットルのジャケット加熱の連続式メディア攪拌型ミルに1.0kg/minの速度で供給しながら、ミル内部の温度が約100℃になるように調節した。ミルのメディアには直径5mmのアルミナボールを使用した。表面処理した粉末の排出量が安定し、内部の温度も安定した後のサンプルを取り、気流式分級機で30μm以上の粒子をカットして表面処理品サンプルを得た。

【0026】

【比較例1】Fe化合物の含有量がFeとして0.22wt%、SiO₂含有量が1.8wt%である平均粒子径が約6μmの天然ブルーサイト粗粉碎品を用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0027】

【比較例2】Fe化合物の含有量がFeとして0.15wt%、SiO₂含有量が1.1wt%である平均粒子径が約6μmの天然ブルーサイト粗粉碎品を用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0028】

【比較例3】Fe化合物の含有量がFeとして0.06wt%、SiO₂含有量が2.3wt%である平均粒子径が約6μmの天然ブルーサイト粗粉碎品を用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0029】

【比較例4】メディアに直径5mmの鉄球を使用した以外は、実施例2と同様にして表面処理品サンプルを得た。粉碎後の水酸化マグネシウム中のFe含有量は、0.05wt%から0.12wt%に増加した。

【0030】

【比較例5】連続式メディア攪拌型ミルへの供給速度が2.0kg/minである以外は、実施例3と同様にして表面処理品サンプルを得た。平均粒子径が3.4μmから4.9μmに増加した。

【0031】

【比較例6】バッチ式メディア攪拌型ミル中での粉碎時間を1時間30分にした以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。1μm以下の粒子の割合が6.3vol%から36.2vol%に増加した。

【0032】実施例及び比較例で得られた水酸化マグネシウム表面処理品（難燃剤）の粒度分布をレーザー回折法により測定し、平均粒子径、1μm以下の粒子の割合、10μm以上の粒子の割合、30μm以上の粒子の

割合を求めた。粒度分布は、エタノール中で試料を超音波分散処理した後に測定した。結果を表1～表3に示す。

【0033】次に、エチレン／酢酸ビニル共重合体（三井・デュポンポリケミカル株式会社製、商品名：EV-360、酢酸ビニル含有量：25wt%、MFR：2）100重量部に対し、実施例1～3及び比較例1～6で調製した表面処理品サンプル150重量部を配合して混合した後に、ラボプラストミル（東洋精機株式会社製）を用いて、150℃で5分間、回転数50rpmで混練し、150℃でプレス成形した。引張試験は、厚み2mmのシートを作成し、JIS K7113に準拠して行った。また酸素指数法による燃焼試験は、3mm厚のプレスシートを成形した後、縦150mm×横6.5mmに打ち抜いたテストピースを数本用いてJIS K7201に準拠して行った。その結果を表1に示し、いずれの試料も粒子径30μm以上の粒子を含んでいなかった。

【0034】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
Fe (wt%)	0.05	0.05	0.08	0.22	0.15	0.06	0.12	0.08	0.05
SiO ₂ 含有量(wt %)	1.2	1.2	0.9	1.8	1.1	2.3	1.2	0.9	1.2
平均粒子径 (μm)	3.8	1.5	3.4	3.6	3.5	2.8	2.0	4.9	1.2
1μm以下 の粒子	6.3	32.1	12.2	8.5	9.6	18.7	23.1	11.1	36.2
10μm以上 の粒子	9.2	0.8	6.5	7.8	7.6	4.0	2.0	13.6	0.5
酸素指数	37.0	37.0	36.5	33.0	33.5	34.0	33.5	34.5	37.0
引張強度	1.08	1.20	1.10	1.14	1.06	1.10	1.13	0.84	1.22
引張伸び (%)	820	800	810	780	800	820	810	620	830
混練トルク	3.16	3.42	3.20	3.26	3.18	3.21	3.33	3.15	3.58

* 粒子径1μm以下の粒子や粒子径10μm以上の粒子はその割合をvol%で示し、表面処理剤の量はいずれも2.5wt%で、引張強度の単位は9.8MPa（1Kgf/mm²）、混練トルクの単位は9.8Nmである。

【0035】本発明での各評価項目の目標ラインは、酸

素指数が36.0以上、引張強度が9.8MPa以上、引張伸びが700%以上、混練トルクが3.50×9.8N・m以下とした。

【0036】表1から明らかなように、水酸化マグネシウム中のFe化合物がFeとして0.1wt%よりも多

い、あるいは SiO_2 の合計量が1.5wt%よりも多いと、難燃性が低下し、また平均粒子径が $4.0\mu\text{m}$ よりも大きいと、難燃性及び機械特性が低下して目標ラインには達しなかった。さらに平均粒子径が $1.5\mu\text{m}$ よりも小さい、あるいは $1\mu\text{m}$ 以下の粒子の割合が35vol%を超えると、混練トルクが高くなり、組成物が硬くなる傾向であった。混練トルクが高いと、結果的に混練物の流動性は低化し、押し出し加工等の成形時に生産性が低下する。さらに組成物が硬くなると、低温特性劣化の原因になる。

【0037】

【表面平滑性】エチレン/酢酸ビニル共重合体(三井・デュボンポリケミカル株式会社製、商品名:EV-360、酢酸ビニル含有量:25wt%、MFR:2)10k

	実施例3
平均粒子径(μm)	3.4
$10\mu\text{m}$ 以上の粒子の割合(vol%)	7.8
成形品の表面外観評価	○

【0039】表2から明らかなように、平均粒子径が $3.9\mu\text{m}$ より大きい、あるいは $10\mu\text{m}$ 以上の粒子の割合が10vol%を超えると、成形品の表面平滑性が悪くなり(比較例7)、さらに粗い粒子が増えてくると肌荒れして平滑性不良になった(比較例5)。なお表2には示さなかったが、 $30\mu\text{m}$ 以上の粒子が少しでもあると、成形品の表面に異物が発生し、外観不良であった。

【0040】

【実施例4】ステアリン酸の代りにステアリン酸亜鉛を用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0041】

【実施例5】ステアリン酸の代りにステアリン酸メチルを用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0042】

【実施例6】ステアリン酸の代りにステアリン酸アマイドを用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0043】

【実施例7】ステアリン酸の代りにステアリルアルコールを用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0044】

【実施例8】ステアリン酸の代りにヒマシ硬化油を用いた以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

【0045】

【比較例8】攪拌処理時に加熱しない以外は、実施例1と同様にして表面処理品サンプルを得た。

gに、実施例3及び比較例5で調製した表面処理品サンプル15kgを配合して混合した後、2軸押し出し機を用いて 200°C で熔融混練しペレットを得た。このペレットを 50°C で24時間乾燥した後、シート状に押し出し成形した。成形品の表面外観を、表面平滑性良好:

○、表面平滑性やや劣る:△、肌荒れして平滑性不良:×に従って評価した。なお比較例7は、連続式メディア攪拌型ミルへの供給速度が $1.5\text{kg}/\text{min}$ である以外は、実施例3と同様にして調製した表面処理品サンプルを配合した。その結果を表2に示し、いずれも粒子径 $30\mu\text{m}$ 以上の粒子を含んでいなかった。

【0038】

【表2】

	比較例5	比較例7
平均粒子径(μm)	4.9	3.9
$10\mu\text{m}$ 以上の粒子の割合(vol%)	27.8	11.3
成形品の表面外観評価	×	△

【0046】

【比較例9】Fe化合物の含有量がFeとして0.05wt%、 SiO_2 含有量が1.2wt%で、平均粒子径が約 $6\mu\text{m}$ の天然ブルーサイト粗粉碎品1kgとステアリン酸25gを内容積10リットルのヘンシェルミキサー中に入れ、5分間乾式混合した後 100°C まで加温し、30分間高速攪拌した。なお高速攪拌開始10分後に攪拌を停止し、内壁及び攪拌壁の付着物をかき落とす操作を1度行った。ヘンシェルミキサーで加温混合処理した粉末をハンマーミルで粉碎処理した後、再度ヘンシェルミキサー中で約 100°C で15分間加温混合処理して表面処理サンプルを得た。

【0047】次に、エチレン/酢酸ビニル共重合体(三井・デュボンポリケミカル株式会社製、商品名:EV-360、酢酸ビニル含有量:25wt%、MFR:2)100重量部に対し、実施例4~8及び比較例8、9で調製した表面処理品サンプル150重量部を配合して混合した後に、ラボプラストミル(東洋精機株式会社製)を用いて、 150°C で5分間、回転数50rpmで混練し、 150°C でプレス成形した。引張試験は、厚み2mmのシートを作成し、JIS K7113に準拠して行った。また酸素指数法による燃焼試験は、3mm厚のプレスシートを成形した後、縦 150mm ×横 6.5mm に打ち抜いたテストピースを数本用いてJIS K7201に準拠して行った。その結果を表3に示し、いずれも粒子径が $30\mu\text{m}$ 以上の粒子を含んでいなかった。また表面処理剤量はいずれも2.5wt%である。

【0048】

【表3】

	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例8	比較例9
平均粒子 径(μm)	3.2	3.5	3.3	3.6	3.4	3.3	3.6
1 μm 以下 の粒子	12.2	10.9	12.4	10.3	11.6	12.0	9.7
10 μm 以 上の粒子	5.1	7.2	4.9	6.9	6.3	4.9	7.3
酸素指数	36.5	37.0	36.5	37.5	36.0	36.5	37.0
引張強度	1.08	1.19	1.10	1.09	1.14	1.25	0.85
引張伸び	820	800	810	820	780	550	730

* 引張強度の単位は、9.8MPa、1 μm 以下の粒子や10 μm 以上の粒子の含有量の単位はvol%、引張伸びの単位は%。

【0049】表3から明らかなように、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド、高級アルコール及び硬化油を表面処理剤に用いても、難燃性及び引張特性は前記した目標ラインに達する(実施例4～8)。しかし、非加熱でメディアミルを用いて粉碎、あるいはメディアミルを使用しない粉碎では、引張強度や引張伸びが目標ラインに達しなかった(比較例8、9)。

【0050】なお表1及び表3には示さなかったが、表

面処理剤が水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量の0.5wt%未満では、引張伸びが不足し、かつ混練物の流動性が低化し、成形性が低化する。表面処理剤量が水酸化マグネシウムと表面処理剤の合計量の5wt%を超えると、難燃性、引張強度、及び引張伸びが不足する。

【0051】

【発明の効果】本発明では、樹脂に配合した時の難燃性及び機械特性に優れ、かつ低コストで経済性に優れた水酸化マグネシウム系難燃剤が得られる。この難燃剤を配合することにより、幅広い用途で、環境に優しいノンハロゲン難燃材料によりハロゲン系材料を代替することが可能となる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁷
C04B 111:28

識別記号

F I
C04B 111:28

(参考)

(72)発明者 松本 靖弘
香川県三豊郡詫間町大字香田80 神島化学
工業株式会社詫間工場内
(72)発明者 日高 俊典
兵庫県加東郡社町平木1310-9 ハットリ
株式会社平木事業所内

Fターム(参考) 4G076 AA10 AB21 AC04 BF06 CA02
CA26 CA36 DA05
4H028 AA10 AB02 BA06
4J002 DE076 FB236 FB246 FB256
FD136 GL00 GQ01